Государственный комитет СССР по стандартам

УТВЕРЖДАЮ

Зам.директора ВНИИМС

Э.Э.Зульфугарзаде

"06" 07 1984 г

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МИКРОШПРИЦ "ГАЗОХРОМ 101"

МИ 485-84

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

gost.e-ecolog.ru

Государственный комитет СССР по стандартам

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МИКРОШПРИЦ "ГАЗОХРОМ 101"

МИ 485 - 84

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ

Лб0.284.002

г.Москва, 1984 г

РАЗРАБОТАНЫ: Министерством приборостроения, средств автоматизации и систем управления, МПО "Манометр"

ВНИИХРОМ, завод "Хроматограф"

ИСПОЛНИТЕЛИ: Черных Е.М., Шишкина А.Ф., Ахундов С.Ф.

УТВЕРЖДЕНЫ: Всесоюзный научно-исследовательский институт метрологической службы Госстандарта СССР

Настоящие методические указания распространяются на микрошприц "Газохром 101" (в дальнейшем - микрошприц) и устанавливают методы и средства его первичной и периодической поверок. Периодичность поверки не реже 1 раза в год.

1. Операции поверки

При проведении поверки должны выполняться операции, указанные в табл. 1.

Таблица 1

Наименование операций	Номер пункта методических указаний
Внешний осмотр	4.1.
Опробование: промывка микрошприца	4.2.
проверка на герметичность	4.3.
Определение метрологических характеристик : определение предельного отклонения объема дозы от номинального	4.4.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства и реактивы

При проведении поверки должны применяться следующие средства поверки:

весы лабораторные рычажные ВЛР-20 г класса 2 по ГОСТ24104-80;

термометр 4-Б2 по ГОСТ 215-73, цена деления 0,1°С, предел измерения 0-55 °С,

вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72;

ампула стеклянная ~~объем~~ вместимостью 1 мл по ~~ГОСТ 18122-75~~ ОСТ 64-2-48Б-84,

растворитель (спирт по ГОСТ 18300-~~72~~ 87);

Изм.	Лист	№ докум.	Подп.	Дата
Разраб.	Шишкина	[signature]	13.03.84	
Пров.	Черных	[signature]	13.03.84	
Нач.отд.	Тоноян	[signature]	13.03.84	
Н.контр.	Фастовец	[signature]	14.03.84	
Утв.	—			

Л60.284.002

Микрошприц "Газохром 101"
Методы и средства поверки

Лит.	Лист	Листов
А	2	8

Московский опытный завод "Хроматограф"

Инв. № подл. 28 44 | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

стенд для проверки микрошприца на герметичность (см. Приложение 1);

секундомер СДСпр-I-2 по ГОСТ 5072-72;

лупа ~~бинокулярная ЛБ-2 ТУ 3-687-73~~ ПТ-2,5^{x} или лупа ЛП1-4^{x} ГОСТ 25706-83;

баллон 40 л с азотом по ГОСТ 9293-~~59~~74;

редуктор баллонный ДКП-I-65 по ГОСТ I3861-80.

Допускается применение средств измерений, метрологические характеристики которых соответствуют указанным выше.

3. Условия поверки и подготовка к ней

При проведении поверки должны соблюдаться условия, необходимые для нормальной работы микроаналитических весов :

температура в помещении – (20 ± 2) °С и не должна изменяться в процессе работы более чем на 0,5 °С в течение I часа;

относительная влажность воздуха – от 30 до 80 %.

Подготовительные работы следует выполнять в соответствии с указаниями, изложенными в паспорте на микрошприц Лб 2.793.000 ПС.

4. Проведение поверки

4.I. Внешним осмотром устанавливают отсутствие механических повреждений изделия, не допускаются заусенцы на конце иглы и ее искривления, трещины стеклянного баллона, расплывчатость линий и оцифровки шкалы,

4.2. Перед началом и в конце цикла поверки микрошприц промывают трех-пятикратным прокачиванием спиртом.

4.3. Проверка герметичности осуществляется на стенде (см. Приложение 1):

редуктором баллонным (3) устанавливают давление азота (400±I0) КПа по образцовому манометру(7). Прокачивают микрошприц(8) 3-5 раз, держа иглу под водой, медленно набирают дозу (I мкл), затем выдавливают воду на срез иглы. Держа срез под лупой, убеждаются в отсутствии пузырьков воздуха в капле. Возвращают шток в исходное положение. Вставляют микрошприц в камеру(4), проткнув резиновое

Инв. № подл. 4840 | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

уплотнение(6), открывают клапан, через 2 минуты клапан закрывают, вынимают микрошприц и выдавливают воду на срез иглы. Затем, держа срез под лупой, медленно выдвигают шток до того момента, как капля на срезе скроется в канале иглы. По разности показаний шкалы микрошприца в начале операции и в конце определяют объем утечки воды. Это значение не должно превышать 0,2 мкл. В случае, если объем утечки превышает указанное значение, разрешается подтянуть уплотнение и произвести повторную проверку.

4.4. Определение объема дозы производят весовым методом:

4.4.I. Перед взвешиванием проверяемые микрошприцы, дистиллированную воду вместе с термометром, стеклянные ампулы помещают на 30 минут рядом с весами, чтобы они приняли температуру окружающей среды.

4.4.2. Массу определяют методом взвешивания на одном плече в соответствии с ГОСТ I3703-68. Для этого выполняют следующие операции:

предварительно просушенную ампулу с небольшим кусочком ваты на дне с помощью пинцета помещают на одну из чашек весов. Уравновешивают чашку набором гирь и записывают полученное значение массы. Затем ампулу пинцетом снимают с весов и помещают в штатив. Опускают иглу микрошприца в сосуд с дистиллированной водой, после трехпятикратного прокачивания плавно заполняют объем микрошприца, установив срез поршня на нужном делении шкалы. Удаляют с наружной поверхности иглы следы дистиллированной воды фильтровальной бумагой, не допуская прикосновения к срезу иглы. Осторожно вводят иглу микрошприца в ампулу, касаясь кончиком иглы кусочка ваты на дне, вводят в ампулу объем дистиллированной воды из микрошприца. Операцию проделывают I0 раз для объема I мкл и 20 раз для объема 0,5 мкл. После заполнения ампулу взвешивают. По разности масс заполненной и пустой ампулы определяют массу дистиллированной воды.

Взвешивание производят три раза.

4.4.4. Предельное отклонение действительного значения объема дозы от номинального (ΔV) определяют по формуле:

$$\Delta V = V_д - V_н \qquad (I)$$

где ΔV – в мкл;

$V_н$ – номинальный объем дозы микрошприца (I,0 или 0,5)мкл

$V_д$ – действительное значение объема дозы микрошприца, мкл, определяют по формуле:

$$V_д = \frac{x_{ср}}{d^t_{20}} \cdot 10^3 \qquad (2)$$

где d^t_{20} – плотность воды при 20 °С;

d^t_{20} = 0,998204 г/см³;

$x_{ср}$ – среднее значение массы одного дозирования, г, определяют по формуле:

$$x_{ср} = \frac{\sum_{i=1}^{i=n} x_i}{m \cdot n} \qquad (3)$$

где x_i – масса дистиллированной воды при i-ом взвешиваний, г;

n – число взвешиваний;

m – число дозирований в одну ампулу;

4.4.5. В случае, если значение предельного отклонения объема дозы $\Delta V < 0{,}05$ мкл, то считают, что микрошприц прошел поверку. В случае, если $\Delta V \geqslant 0{,}05$ мкл, микрошприц бракуется. Допускается микрошприц, не прошедший поверку, отремонтировать. После ремонта микрошприц подвергается повторной поверке.

При правильном соблюдении вышеизложенной методики суммарная погрешность аттестации не превышает 25% (см. Приложение 2.)

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

7844

Изм. Лист № докум. Подп. Дата

Л60.284.002

Лист 5

5. Оформление результатов поверки

5.I. Положительные результаты ведомственной первичной поверки должны оформляться путем записи в паспорте на микрошприц результатов поверки, заверенных поверителем, с нанесением оттиска поверительного клейма.

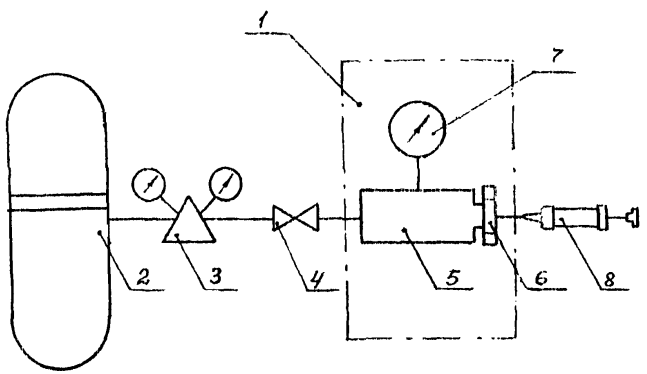
5.2. Положительные результаты ведомственной периодической поверки должны оформляться в порядке, установленном ведомственной метрологической службой.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Стенд для проверки герметичности микрошприца (8) состоит из пневматического устройства Л62.959.003 (I), соединенного с помощью трубопроводов с газовым баллоном (2).

Устройство пневматическое состоит из камеры (5), имитирующей испарительное устройство хроматографа. Камера представляет собой цилиндр, у которого с одной стороны находятся впаянные концы газовой линии, с другой – накидная гайка с резиновым уплотнением (6), обеспечивающим герметичность.

В камеру через клапан (4) подается азот из баллона с помощью редуктора (3). Давление контролируется образцовым манометром (7).



1. Пневматическое устройство
2. Баллон газовый
3. Редуктор баллонный
4. Клапан
5. Камера
6. Уплотнение резиновое
7. Манометр образцовый МО I60-0,6 МПа ГОСТ 6521-72
8. Микрошприц

Инв. № подл. | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

Приложение 2

РАСЧЕТ ПОГРЕШНОСТИ АТТЕСТАЦИИ МИКРОШПРИЦЕВ "ГАЗОХРОМ -101"

1. Оценку относительного среднего квадратического отклонения результата измерения массы дистиллированной воды определяют по формуле :

$$\sigma_{отн} = \frac{1}{\bar{m}} \sqrt{\frac{\Sigma(\bar{m}-m_i)^2}{n(n-1)}};$$

где n - число наблюдений,

m_i - масса дистиллированной воды в i-м наблюдении.

Из статистических данных $\sigma_{отн} \leq 0{,}0063$;

2. Границу неисключенной систематической погрешности результата измерения определяют по формуле:

$$\theta = \frac{\delta_\rho}{\rho_t};$$

где ρ^t - значение плотности дистиллированной воды при температуре t °C ; опыта

δ_ρ - погрешность значения плотности дистиллированной воды (находят по справочным данным с учетом температурной t °C погрешности опыта)

Из статистических данных $\theta \leq 0{,}000021$,

3. Определяют отношение $\theta / \sigma_{отн}$

$$\theta / \sigma_{отн} = \frac{0{,}000021}{0{,}0063} = 0{,}0033$$

Так как $\theta / \sigma_{отн} < 0{,}8$, то неисключенной систиматической погрешностью по сравнению со случайной пренебрегают и принимают, что граница погрешности $\delta_{\bar{v}} = \varepsilon$

4. Доверительные границы погрешности результата измерения определяют по формуле:

$$\delta_{\bar{v}} = 1{,}15 (t_q \sigma_{отн}),$$

где t_q - коэффициент Стьюдента

при $n=4$ и $P=0{,}95$ $t_q = 3{,}182$.

тогда $\delta_{\bar{v}} = 1{,}15(3{,}182 \cdot 0{,}0063) \cdot 100\% = 2{,}31\% \approx \underline{2{,}5\%}$.

Изм	Лист	№ докум.	Подп.	Дата	МИ 485 84	Лист 7а
1	Нов.	Л.2412	[illegible]	20.01.88		

Подп. и дата | Взам. инв. | Инв. № дубл. | Подп. и дата

Лист регистрации изменений

Изм	Номера листов (страниц) изменен ных	заменен ных	новых	аннули-рован-ных	Всего листов (страниц) в докум.	№ докум.	Входящий № сопрово-дительно-го докум. и дата	Подп	Дата
Нов					8	16729		[illegible]	25.09.84
1	2,3,5	—	7а	—	9	162412		[illegible]	23.01.89

Инв. № подл. 7844 | Подп. и дата | Взам. инв. № | Инв. № дубл. | Подп. и дата

Л60.284.002

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель директора ВНИИМС

_____ В.К.Овчаров

_____ января _____ 2000 г.

ИЗМЕНЕНИЕ № 1

МИ 485–84

"МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ.

МИКРОШПРИЦ "ГАЗОХРОМ 101".

МЕТОДЫ И СРЕДСТВА ПОВЕРКИ"

Пункт 1, таблица 1. Последние две строки изложить в новой редакции:

"– определение отклонения действительного значения вместимости от номинального."

Пункт 4.4. Изложить в новой редакции:

"Определение отклонения действительного значения вместимости от номинального проводят весовым методом."

Пункт 4.4.2. Последний абзац изложить в новой редакции:

"Определение производят три раза."

Пункт 4.4.4. Изложить в новой редакции первую, вторую, четвертую, пятую, седьмую, восьмую строки:

"Отклонение действительного значения вместимости от номинального (ΔV) определяют по формуле:"

"$V_н$ – номинальная вместимость микрошприца 1.00 мкл"

"$V_д$ – действительное значение вместимости микрошприца,"

"d^t – плотность воды при температуре окружающего воздуха, г/см^3 (Приложение 2)".

Заменить в формуле (2) "d_{20}^t" на "d^t".

Пункт 4.4.5. Исключить последний абзац.

Пункты 5.1. и 5.2. Исключить слово "ведомственной".

Приложение 2. Изложить весь текст в новой редакции:

Плотность воды при различных температурах

Температура, °С	Плотность, г/см
18,0	0,9986
19,0	0,9984
20,0	0,9982
21,0	0,9980
22,0	0,9978

gost.e-ecolog.ru